#### Device and method fo

nimizing scattered light in grid ctrometers

Patent number:

DE19826801 1999-12-23

Publication date: Inventor:

MORGENSTERN THOMAS (DE); GOERLICH

STEFFEN (DE)

Applicant:

JETI TECH INSTR GMBH (DE)

Classification:

- international:

G01J3/10; G01J3/28; G01N21/17

- european:

G01J3/10; G01J3/32

Application number: DE19981026801 19980616
Priority number(s): DE19981026801 19980616

Report a data error here

#### Abstract of DE19826801

The arrangement includes a light source that successively emits individual wavelength ranges over the whole measurement range. The consecutive arrangement of the individual spectra provides a continuous coverage of the wavelength range to be measured. The receiver is synchronized to and records the spectra in the individual wavelength ranges. The whole spectrum is provided by superposition of the sequentially recorded individual spectra.

Data supplied from the esp@cenet database - Worldwide



#### **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

## **® Offenlegungsschrift**



(f) Int. Cl.<sup>6</sup>: G 01 J 3/10 G 01 J 3/28 G 01 N 21/17



PATENT- UND **MARKENAMT**  (2) Aktenzeichen: 198 26 801.7 Anmeldetag: 16. 6.98

Offenlegungstag: 23. 12. 99

(7) Anmelder:

JETI Technische Instrumente GmbH, 07745 Jena,

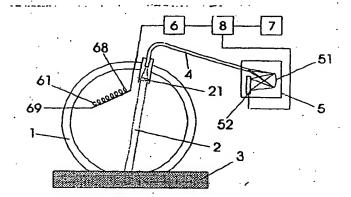
② Erfinder:

Morgenstern, Thomas, 07747 Jena, DE; Görlich, Steffen, 07743 Jena, DE

#### Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

- Anordnung und Verfahren zur Minimierung des Streulichtes in Gitterspektrometern
- Die Verwendung einer breitbandigen Beleuchtung führt in spektroskopischen Meßeinrichtungen, besonders bei Verwendung von preiswerten, aber stark fehlerbehafteten Gittern zu einem starken Streulichtuntergrund. Durch Verwendung einer Strahlungsquelle, die sich aus mehreren Einzelquellen zusammensetzt, die in ihrem Gesamtspektrum jedoch den gesamten zu messenden Spektralbereich überdecken und zeitlich nacheinander aktiviert werden, läßt sich die Auswirkung des Streulichtes stark verringern. Dabei werden, synchron zur Aktivierung jedes Einzelstrahlers, Einzelspektren nur in dem Bereich aufgenommen, in dem der jeweilige Strahler emittiert. Die Strahlungsquelle kann bei einem Meßkopf zur Ermittlung der Remissionseigenschaften von festen Oberflächen beispielsweise aus 8 spektral unterschiedlichen LED 61...68 gebildet werden, die sich im Inneren einer Ulbrichtkugel 1 befinden.

Die Erfindung kann neben der Farbmessung beispielsweise in Spektralmeßvorrichtungen zur Ermittlung von Konzentrationen und Schichtdicken eingesetzt werden.





#### Beschreibung

Die Erfindung betrifft eine Lichtquelle zur Ausrüstung von Spektrometern für die Messung von Spektren in Reflexion und Transmission.

#### Stand der Technik

Die Messung des spektralen Reflexions- und Transmissionsverhaltens von Proben kann bei einzelnen Wellenlängen 10 oder im gesamten interessierenden Spektralbereich erfolgen. Im letzteren Fall werden vorzugsweise Spektrometer eingesetzt, die neben einer Lichtquelle eine Probenhalterungsvorrichtung, ein dispersives Element, einen Empfänger und die entsprechende Ansteuer- und Auswerteelektro- 15 nik enthalten. Das wellenlängenaufgelöste Intensitätssignal wird entweder sequentiell mit einem Einzelempfänger durch Drehen des dispersiven Elementes oder bei ruhendem dispersiven Element mit einem Zeilenempfänger gewonnen. Dabei gilt bis zu bestimmten Konzentrationsgrenzen der 20 Proben das Lambert-Beersche Gesetz. Der praktische Aufbau des Spektrometers führt jedoch auch unterhalb der Grenzen zu Abweichungen von diesem Gesetz. Der Hauptgrund dafür liegt im Strahlungsanteil der nicht wellenlängenrichtig auf den Empfänger trifft. Durch dieses Streulicht 25 wird der Meßbereich der optischen Dichte begrenzt, für den das Spektrometer einsetzbar ist.

Beispielsweise beschränkt 1% Streulicht den Meßbereich auf ca. 2 Extinktionseinheiten (E=log(I/I<sub>0</sub>), siehe z. B. W. Schmidt: Optische Spektroskopie, VCH Verlagsgesellschaft 30 Weinheim, 1994, S. 141).

Das Streulicht wird durch Anteile des Beleuchtungslichtes gebildet, die nicht auf das dispersive Element gebeugt werden bzw. durch Gitterfehler (Oberflächendefekte, Teilungsfehler) nicht die ideale Ortsfunktion besitzen. Dadurch sentstehen Strahlungsanteile, die das Element nicht treffen oder durch Fehler im Element selbst nicht auf das entsprechende Empfängerpixel abgebildet werden. Deshalb werden in Spektrometern vorzugsweise holographisch hergestellte Gitter verwendet, bei denen der erzeugte Streulichtanteil gering ist. Bei replizierten Gittern ist durch Fehler bei der Replikation mit einem erhöhten Streulichtanteil gegenüber dem Original zu rechnen.

Einen großen Anteil an der Streulichterzeugung hat neben nicht genutzten Ordnungen vor allem die ungebeugte nullte 45 Ordnung in einem Gitterspektrometer, die sich im Inneren des Spektrometers ausbreiten kann. Um dies zu vermeiden, werden sogenannte Strahlfallen vorgesehen, die zu einer möglichst vollständigen Absorption der Energie führen sollen.

Aus Patentschriften den DE 44 34 168 DE 195 14 199 ist bekannt, daß die Lichtquelle zur Erzeugung eines annähernd energiegleichen Spektrums zu Zwekken der Farbmessung aus Einzelstrahlquellen, die den sichtbaren Bereich lückenlos abdecken und bei jeder Messung 55 sequentiell in Betrieb genommen werden, gebildet werden kann. Als Strahlungsempfänger dienen in den angeführten Beispielen jeweils ein bzw. mehrere, spektral unterschiedlich empfindliche Sensoren. Die Anordnungen beziehen sich nicht auf Meßeinrichtungen, in denen das Licht spektral 60 zerlegt wird. In der Schrift WO 97/35178 wird eine Lichtquelle für einen spektral messenden Aufbau angegeben. Dazu wird eine Vakuum- oder gasgefüllte Glühlampe mit einer blauen LED kombiniert, um die geringe Leistung einer reinen Lampenbeleuchtung im blauen Spektralbereich so- 65 wie die geringe Empfindlichkeit eines Silizium-Empfängerarrays in diesem Bereich zu kompensieren. Beide Einzellichtquellen werden gleichzeitig betrieben. Nachteilig macht

sich die relativ geringe Lebensdauer der Lampe bemerkbar.

In der Schrift US 5477322 wird vorgeschlagen, eine Vielzahl von LED, die in unterschiedlichen Wellenlängenbereichen emittieren, als Lichtquelle für einen Monochromator zu verwenden, der seinerseits eine Probe beleuchtet. Nachteilig ist bei diesem Aufbau, daß eine Miniaturisierung der Anordnung aufgrund des verwendeten bewegten Gitters nur schwer möglich ist. Weiterhin führt die Gitterbewegung zu Stabilität- und Genauigkeitsproblemen, die nur durch eine aufwendige mechanische Konstruktion und eine genaue Winkelerfassung gelöst werden können.

Weitere Anordnungen mit mehreren LED als Breitband-Lichtquelle sind aus den Schriften US 5475221, US 5257086 und US 5073029 bekannt.

#### Darlegung des Wesens der Erfindung

Der Erfindung liegt die Aufgabe zugrunde, das Streulicht in einem Spektrometer bereits durch eine geeignete Ausführung der Lichtquelle zu reduzieren.

Erfindungsgemäß wird die Aufgabe bei einer Spektralmeßanordnung mit einer Lichtquelle, einem Eintrittsspalt, einem feststehenden dispersiven Element und einem Zeilenempfänger sowie einer entsprechenden Ansteuer- und Auswertelektronik dadurch gelöst, daß die Lichtquelle sequentiell aufeinanderfolgend schmalbandige Wellenlängenbereiche, die aneinandergereiht den gesamten interessierenden Wellenlängenbereich ergeben, emittiert und die Ansteuerund Auswerteelektronik dazu synchronisiert den jeweiligen Wellenlängenbereich des Spektrometers einschließlich entsprechender Grenzbereiche ausliest. Das Gesamtspektrum wird anschließend aus den Einzelspektren zusammengesetzt, wobei die Signale in den sich günstigerweise überlappenden Grenzbereichen der Einzelspektren superpositioniert werden können.

Durch diese Vorgehensweise kann eine wesentliche Verminderung des Streulichtes erreicht werden. Der Grund dafür ist, daß infolge des sequentiellen Verfahrens nur die Strahlung Streulicht erzeugt, die in dem Wellenlängenbereich liegt, in dem gerade die Messung erfolgt. Streulichtanteile, die bei breitbandiger Einstrahlung ihren Ursprung in anderen Wellenlängenbereichen haben, treten nicht auf. Die Amplituden der Einzelspektren können dem jeweiligen Spektrometer so angepaßt werden, das immer der volle Dynamikbereich ausgenutzt wird. Dadurch läßt sich insbesondere der wellenlängenabhängige Verlauf der Beugungseffizienz des dispersiven Elements und der spektralen Empfindlichkeit des Empfängers ausgleichen. Dies geschieht durch eine entsprechende Einstellung der Intensitäten der Einzellichtquellen bzw. durch eine entsprechende Variation der Integrationszeiten der Einzelspektren.

Am Empfänger wird immer nur der Spektralbereich ausgewertet, in dem der jeweils aktive Einzelstrahler emittiert. Dadurch ergibt sich ein weiterer Vorteil der Anordnung: die vom dispersiven Element erzeugten Leistungsanteile höherer Ordnung wirken sich nicht auf das gemessene Signal aus. Dadurch sind Ordnungsfilter, die bei Spektrometern mit konventioneller Lichtquelle benötigt werden, nicht notwendig. Der freie Spektralbereich wird durch die Anwendung der erfindungsgemäßen Lichtquelle verbreitert.

Durch die Anwendung der erfindungsgemäßen Lösung ist es möglich, z. B. für die Farbmeßtechnik low cost-Zeilenspektrometer einzusetzen, die aufgrund ihrer durch Replikation hergestellten dispersiven Elemente einen relativ hohen Streulichtanteil erzeugen. Die Dynamik der Messung wird durch die sequentielle Beleuchtung wesentlich erhöht. Dadurch ist es beispielsweise möglich, Spektren zu erfassen, die ausgeprägte Minima aufweisen. Diese Minima würden

17



bei Verwendung einer breitbandigen Lichtquelle aufgrund des breitbandig erzeugten Streulichtes nicht oder nur in geringerem Umfange nachgewiesen werden können.

Die Umsetzung des erfindungsgemäßen Beleuchtungsprinzips kann außer durch nacheinander abstrahlenden 5 schmalbandigen Einzellichtquellen, die in ihrer Gesamtheit den vollständigen, zu vermessenden Wellenlängenbereich abdecken, auch durch sequentielles spektrales Zerlegen einer breitbandigen Lichtquelle erfolgen. In diesem Fall müssen die einzelnen Filter wiederum so beschaffen sein, daß 10 ihre Aneinanderreihung den gesamten Spektralbereich ergibt, in dem die Messung erfolgen soll.

Anwendungsbeispiele für den erfindungsgemäßen Aufbau sind die Farbmeßtechnik sowie die Reflexions, Transmissions und ATR-Messung.

#### Ausführungsbeispiel

Die erfindungsgemäße Anordnung soll nachstehend anhand eines Ausführungsbeispiels näher erläutert werden. 20 Die Zeichnungen zeigen:

Fig. 1 den Aufbau zur spektralen Reflexionsmessung mit LED-Mehrkanallichtquelle,

Fig. 2 die spektrale Verteilung von spektral aneinandergereihten LED sowie einer Vakuumglühlampe sowie

Fig. 3 das Ergebnis der Absorbance-Messung eines optischen Filters OG 515 mittels eines Mikrospektrometers unter Zuhilfenahme der erfindungsgemäßen Lichtquelle sowie im Vergleich dazu einer Vakuumglühlampe.

Das Ausführungsbeispiel bezieht sich auf einen Meßauf- 30 bau zur Ermittlung der spektralen Remissionseigenschaften von festen Oberflächen. Fig. 1 zeigt den Meßaufbau unter Verwendung einer Ulbricht-Kugel 1 zur Erzeugung einer diffusen Beleuchtung sowie einem kollimierten Empfangsstrahlengang 2, der unter einem Winkel von 8° zur Norma- 35 len der Probenoberfläche 3 steht und durch eine Sammellinse 21 in einen Lichtwellenleiter 4 eingekoppelt und auf den Eingangsspalt eines Spektrometers 5 geführt wird. Die Lichtquelle 6 wird durch acht, in unterschiedlichen Wellenlängenbereichen lichtemittierende Dioden (LED 61... 68) 40 gebildet. Diese LED sind derart ausgewählt, daß sie mit ihren aneinandergereihten Spektralcharakteristiken den zu vermessenden Wellenlängenbereich, hiervon ca. 400 nm bis ca. 700 nm, vollständig abdecken. Die Strahlung der einzelnen LED wird durch die Ulbricht-Kugel diffus auf die Pro- 45 benoberfläche gelenkt und die Probe gleichmäßig beleuchtet. . Der Schafter 69 dient zur Verhinderung der direkten Einstrahlung der LED auf die Probe. Günstigerweise kann dafür das Substrat der Lichtquelle benutzt werden.

Die über den Lichtwellenleiter 4 zum Spektrometer 5 von 50 der Probe 3 geführte remittierte Strahlung wird durch das Reflexionsgitter 51 spektral zerlegt und trifft auf den Zeilenempfänger 52. Die Ansteuerschaltung 6 sorgt dafür, daß die einzelnen LED nacheinander angesteuert werden.

Synchronisiert dazu wird jeweils der entsprechende Wellenlängenbereich am Empfänger 52 des Spektrometers ausgelesen. Zu diesem Zweck werden in einem Justiervorgang vor den Messungen die einzelnen Wellenlängenbereiche definiert und im Speicher 7 festgehalten. Die durch die Ansteuerschaltung 6 bereitgestellten individuellen Diodenströme werden bei der Inbetriebnahme derart eingestellt, daß bei Vorlage einer spektral gleichmäßig remittierenden Probe 3 die einzelnen Dioden ein etwa gleiches maximales Intensitätssignal im zugeordneten Spektralbereich am Empfänger 52 erzeugen. Mit Ililfe eines Mikroprozessors 8, der 65 gleichzeitig die Synchronisierung des Meßablaufes und die Speicherverwaltung übernimmt, wird im Anschluß an die Beleuchtungs- und Meßphase in einer Berechnungsphase

die Aneinanderreihung der Einzelspektren und die Ermittlung des Gesamtergebnisses vorgenommen. Beide Phasen können auch ineinander zeitlich verschachtelt ablaufen, um die Meßzeit zu verkürzen.

Fig. 2 zeigt die spektrale Verteilung der eingesetzten Einzellichtquellen sowie im Vergleich eine Vakuumglühlampe. Beispielhaft werden hier acht Dioden mit Peakwellenlängen von ca. 440 nm, 470 nm, 520 nm, 570 nm, 590 nm, 610 nm, 630 nm und 680 nm eingesetzt. Zur Verkürzung der Meßzeit ist es möglich, die LED extrem kurzzeitig zu pulsen. Dabei kann bis zur Störstellenerschöpfung mit einer linearen Erhöhung der Intensität in Bezug auf den LED-Strom gerechnet werden. Es ergeben sich hohe Intensitäten und damit kurze Integrationszeiten der Empfängerzeile.

Zur Verdeutlichung der Vorteile der vorgeschlagenen Anordnung dient Fig. 3. Mit Hilfe eines LIGA-Mikrospektrometers wurde die Transmission eines optischen Filters vom Typ OG 515 mit einer Dicke von 4 mm gemessen und daraus die Extinktion berechnet. Die zum Vergleich mit einer Vakuumglühlampe aufgenommene Kurve zeigt im Sperrbereich des Filters eine um 2 Einheiten geringere Extinktion als die mit einer erfindungsgemäßen Lichtquelle ermittelte. Dies wird durch die erhebliche Reduzierung des Streulichteinflusses erreicht.

#### Patentansprüche

1. Anordnung und Verfahren zur Minimierung des Streulichts in spektral messenden Apparaturen mit Lichtquelle, Eingangsspalt, optischem Gitter und Empfänger, dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle zeitlich aufeinanderfolgend in einzelnen Wellenlängenbereichen des gesamten Meßbereiches emittiert, wobei die Aneinanderreihung der Einzelspektren eine lückenlose Abdeckung des zu messenden Wellenlängenbereichs ergibt, der Empfänger synchronisiert dazu die Spektren in den jeweiligen Wellenlängenbereichen aufnimmt und das Gesamtspektrum durch Superposition der sequentiell aufgenommenen Einzelspektren erfolgt und dadurch das registrierte Streulicht minimiert wird.

2. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle durch Einzellichtquellen unterschiedlicher spektraler Abstrahlcharakteristik gebildet wird.

3. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß eine breitbandige Lichtquelle mit sequentielle Filterung einzelner Wellenlängenbereiche verwendet wird.

4. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die Anpassung der Einzellichtquellen an die Empfängerempfindlichkeit der Spektrometerzeile und die Beugungseffizienz des dispersiven Elementes für die verschiedenen Wellenlängen durch die Einstellung der Einzelintensitäten erfolgt

5. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß Anpassung der Einzellichtquellen an die Empfängerempfindlichkeit der Spektrometerzeile und die Beugungseffizienz des dispersiven Elementes für die verschiedenen Wellenlängen durch unterschiedliche Integrationszeiten für die verschiedenen Strahler erfolgt.

6. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß die Synchronisierung zwischen zeitlicher Steuerung der Lichtquelle und Empfängerteil sowie die Auswertung der Spektren durch einen Mikrocontroller erfolgt.

e e

110

. .

18

10

7. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß sich zur Messung der Farben nichtselbstleuchtender Objekte die Einzellichtquellen vollständig oder zumindest teilweise innerhalb einer Ulbrichtkugel befinden.

8. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 7, dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle durch LED in konventionellen Gehäusen, durch LED-Chips oder durch LED in SMD-Bauform auf einem Träger gebildet werden.

gebildet werden.

9. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 8, dadurch gekennzeichnet, daß der Träger gleichzeitig als Schatter zur Verhinderung direkter Einstrahlung auf die Probenoberfläche ausgeführt ist.

10. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 6, 15 dadurch gekennzeichnet, daß die Lichtquelle in Verbindung mit faseroptischen Elementen zur Farbmessung mittels 0°/45°-Meßgeometrie, zur spektralen Transmission- und Absorptionsmessung sowie zur Aufnahme von ATR-Spektren verwendet wird.

11. Anordnung und Verfahren nach Patentanspruch 10, dadurch gekennzeichnet, daß die Zusammenführung der einzelnen abgestrahlten Wellenlängenbereiche der Lichtquelle durch ein Faserbündel mit der Anzahl der Einzellichtquellen entsprechenden Anzahl von 25 Eingangssträngen oder durch dichroitische Spiegel erfolgt.

Hierzu 3 Seite(n) Zeichnungen

30

35

40

45

**5**0

55

60

### - Leerseite -

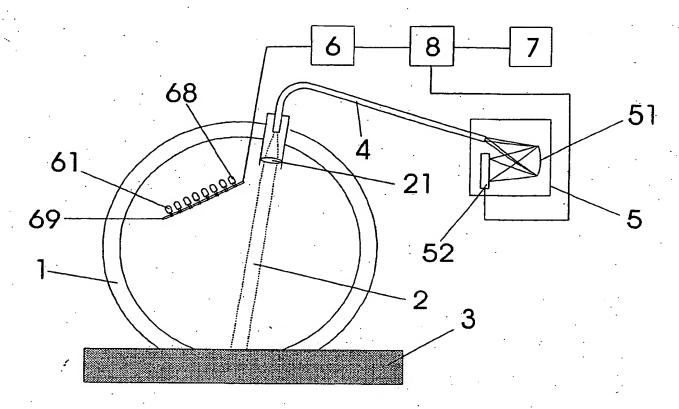


Fig. 1 Aufbau zur spektralen Reflexionsmessung mit LED-Mehrkanallichtquelle

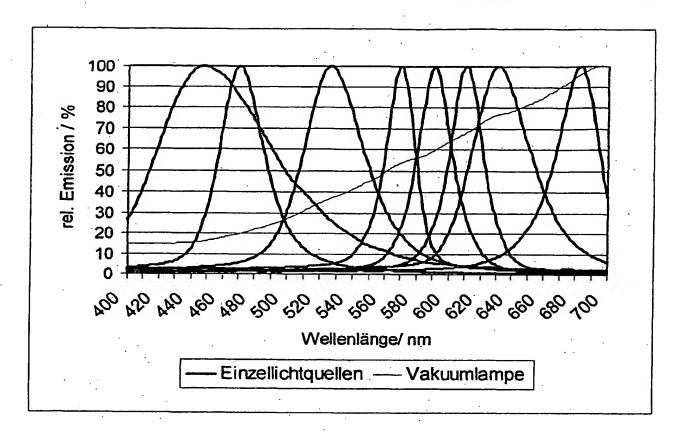


Fig. 2 Wellenlängenverteilung von spektral aneinandergereihten LED sowie einer Vakuumglühlampe im Bereich von 400 bis 700 nm

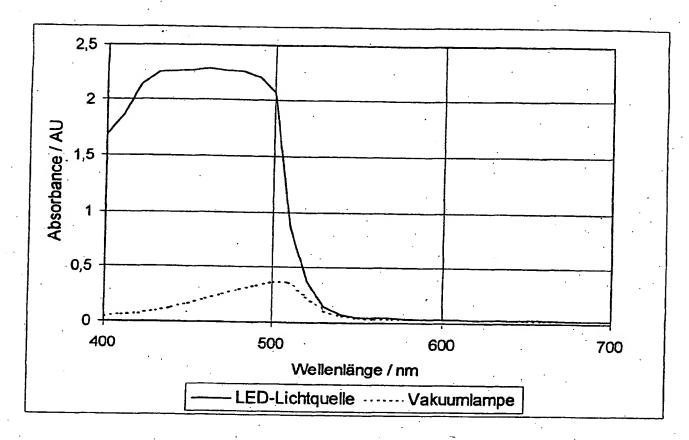


Fig. 3 Absorbance eines optischen Filters OG 515 (Dicke 4 mm), gemessen mit Mikrospektrometer unter Zuhilfenahme der erfindungsgemäßen Lichtquelle sowie im Vergleich dazu mit einer Vakuumglühlampe

# This Page is inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

## BEST AVAILABLE IMAGES



Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

X.	BLACK BORDERS
×	IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
×	FADED TEXT OR DRAWING
	BLURED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
	SKEWED/SLANTED IMAGES
X.	COLORED OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
	GRAY SCALE DOCUMENTS
0	LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
	REPERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
	OTHER:

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.
As rescanning documents will not correct images problems checked, please do not report the problems to the IFW Image Problem Mailbox